

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 64-011638

(43)Date of publication of application : 17.01.1989

(51)Int.Cl.

B01J 20/10

(21)Application number : 62-166894

(71)Applicant : MIZUSAWA IND CHEM LTD

(22)Date of filing : 06.07.1987

(72)Inventor : OGAWA MASAHIDE
SATO TEIJI
TANAKA MASANORI

(54) ADSORBENT COMPOSITION AND PRODUCTION THEREOF

(57)Abstract:

PURPOSE: To enhance adsorption capacity by preparing an adsorbent which consists of both a stratifying compd. having specified chemical composition and an alunite type crystalline structure and amorphous silica of specified amount and has specified BET specific surface area and micro pore volume.

CONSTITUTION: Both aluminum sulfate or ferric sulfate and alkali sulfate are heated and allowed to react with each other in an aqueous medium wherein hydrosol or the like of silica or silica-alumina is dispersed and also alkali hydroxide is added. Thereby an adsorbent which has homogeneous composition consisting of both a stratifying compd. having a chemical structure shown in a formula I [M shows monovalent cation, M' shows Al or Fe (III)] and a crystalline structure of an alunite type or a jarosite type and amorphous silica or silica-alumina of 5W80wt.% per this compd. and also has BET specific surface area of 300m²/g or more and micro pore volume of 0.1ml/g or more is obtained.

M M' s (SO₄)₂ (OH)₂

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭64-11638

⑬ Int. Cl.⁴
B 01 J 20/10

識別記号 庁内整理番号
C-6939-4G

⑭ 公開 昭和64年(1989)1月17日

審査請求 未請求 発明の数 2 (全8頁)

⑮ 発明の名称 吸着剤組成物及びその製法

⑯ 特 願 昭62-166894

⑰ 出 願 昭62(1987)7月6日

| | | |
|---------|------------|---------------------|
| ⑱ 発 明 者 | 小 川 政 英 | 新潟県新潟市緑町2丁目2番7号 |
| ⑱ 発 明 者 | 佐 藤 悌 治 | 新潟県新潟市新富町3丁目3番25号 |
| ⑱ 発 明 者 | 田 中 正 範 | 新潟県新潟市大栄町7丁目7番17号 |
| ⑲ 出 願 人 | 水澤化学工業株式会社 | 東京都中央区日本橋室町4丁目1番21号 |
| ⑳ 代 理 人 | 弁理士 鈴木 郁 男 | 外1名 |

明 細 書

1. 発明の名称

吸着剤組成物及びその製法

2. 特許請求の範囲

(1) 実質上式



式中Mは1価カチオンを表わし、M'は

Al又はFe(Ⅲ)を表わす、

で示される化学構造を有し且つアルナイト型又はジャロサイト型の結晶構造を有する層状化合物と、該化合物当り5乃至80重量%の非晶質シリカ乃至非晶質シリカアルミナとの均質組成物から成り、300m²/g以上のBET比表面積と0.1g/g以上の細孔容積とを有することを特徴とする吸着剤組成物。

(2) 硫酸アルミニウム又は硫酸第二鉄と、硫酸アルカリとを、シリカ乃至シリカアルミナの水溶液又はシリカ乃至シリカアルミナの水溶液が分散され且つ水酸化アルカリが添加された水性媒体中で加熱反応させ、アルナイト又は

ジャロサイト型の層状化合物を該化合物当り5乃至80重量%の非晶質シリカ乃至非晶質シリカアルミナとの均質組成物の形で品出させることを特徴とする吸着剤組成物の製法。

(3) 反応の開始に際し、硫酸アルミニウムを出発原料とし、系のpHを4.0乃至4.4に維持し、反応の過程においても系のpHが3.8を下らないように維持し、アルナイト型の層状化合物を品出させることを特徴とする特許請求の範囲第2項記載の製法。

(4) 反応の開始に際し、硫酸第二鉄を出発原料とし、系のpHを1.3乃至1.8に維持し、反応過程においても系のpHが1.1を下らないように維持し、ジャロサイト型の層状化合物を品出させることを特徴とする特許請求の範囲第2項記載の製法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はアルナイト(alunite)型又はジャロサイト(jarosite)型の結晶構造を有する層状化合物

物と非晶質で多孔質のシリカ又はシリカ・アルミナから成る吸着剤組成物及びその製法に関するもので、より詳細には比表面積及び細孔容積を増大させ、吸着容量を増大せしめたアルナイト型又はジャロサイト型層状化合物と非晶質のシリカ又はシリカ・アルミナとの均質組成物から成る吸着剤組成物及びその製法に関する。

(従来の技術)

井上等、日本化学会誌：1985(2) P156～162には、 $Al_2(SO_4)_3$ 水溶液に K_2SO_4 及び KOH を加えて、 K/Al 比を5、 pH を3.7とし、3時間沸騰還流させると、 $200 \sim 240 m^2/g$ の比表面積を有する合成アルナイトが生成すること、及びこの多孔性アルナイトは薄片状結晶の集合体で、15および30人程度の幅のスリット状細孔があり、水吸着能がシリカゲルに匹敵し、 SO_2 および NO 吸着能が高く、また酸性染料を良く吸着することが報告されている。

また、本発明者等はすでに比表面積及び細孔容積を更に増大させたアルナイト型吸着剤について

と細孔容積とを有する吸着剤組成物が形成されることを見出した。

本発明によれば、実質上式、



式中 M は1価カチオンを表わし、 M' は Al 又は Fe (III)を表わす、

で示される化学構造を有し且つアルナイト型又はジャロサイト型の結晶構造を有する層状化合物と、該化合物当り5乃至80重量%の非晶質シリカとの均質組成物から成り、 $300 m^2/g$ 以上の BET 比表面積と $0.1 ml/g$ 以上の細孔容積とを有することを特徴とする吸着剤組成物が提供される。

本発明によればまた硫酸アルミニウム又は硫酸第二鉄と、硫酸アルカリとを、シリカのヒドロゾル乃至はシリカのヒドロゲルが分散され且つ水酸化アルカリが添加された水性媒体中で加熱反応させ、アルナイト又はジャロサイト型の層状化合物を該化合物当り5乃至80重量%の非晶質シリカとの均質組成物の形で晶出させることを特徴とする吸着剤組成物の製法が提供される。

も提案を行っている。

(発明が解決しようとする問題点)

この多孔性アルナイト又はジャロサイト型層状化合物の比表面積や細孔容積を更に増大させることは、種々の気体や液中の着色成分に対する吸着剤としての用途への実用化が期待される。

従って、本発明の目的は、比表面積及び細孔容積を増大させることにより、吸着容量を更に増大せしめたアルナイト型又はジャロサイト型層状化合物と非晶質シリカとの均質組成物から成る吸着剤を提供するにある。

本発明の他の目的は、上述した特性を有するアルナイト型又はジャロサイト型吸着剤を、安価にしかも収率良く製造し得る方法を提供するにある。

(問題点を解決するための手段)

本発明者等は、反応系中に非晶質シリカ乃至非晶質シリカアルミナを微細に分散させ、この系中でアルナイト型又はジャロサイト型の層状化合物を晶出させるときには、著しく増大した比表面積

本発明によれば更にまた反応の開始に際してアルナイト型の場合系の pH を4.0乃至4.4に維持し、反応の過程においても系の pH が3.8を下らないように維持し、又ジャロサイト型の場合に系の pH を1.5乃至1.8に維持し、反応の過程においても系の pH が1.1を下らないように維持させ、アルナイト又はジャロサイト型の層状化合物を該化合物当り5乃至80重量%の非晶質シリカとの均質組成物の形で晶出させることを特徴とする吸着剤組成物の製法が提供される。

(作用)

本発明は、アルナイト型又はジャロサイト型の層状化合物を、該化合物当り5乃至80重量%の非晶質シリカとの均質組成物の形で晶出させると、吸着剤としての比表面積や細孔容積の顕著な増大がもたらされるという知見に基づくものである。

非晶質シリカ又は非晶質シリカアルミナによる、アルナイト又はジャロサイト型層状化合物の結晶生長及び晶出についての媒晶剤としての作用

は、未だ十分に説明されるに至っていないが、本発明による吸着剤では、前記層状化合物と非晶質シリカ或いは非晶質シリカアルミナとが比較的均質な組成物の形で存在すること、及び両者の単純な混合物に比して比表面積と細孔容積との顕著な増大がもたらされることからみて、非晶質で且つ多孔質のシリカ乃至シリカアルミナの空孔（ポア）内で或いは一次粒子間隙内で該層状化合物の基本骨格が、C軸方向への結晶成長が抑制された状態で形成され、その結果として層状化合物自体が微細な薄片状結晶となるために比表面積及び細孔容積の著しい増大がもたらされるものと解される。

非晶質シリカ乃至非晶質シリカアルミナの量が層状化合物当り5乃至80重量%の範囲にあることも重要であり、この量が上記範囲よりも少ないと、非晶質シリカによる結晶抑制作用が失われ、高い比表面積と細孔容積とが達成されない。また、この量が上記範囲よりも多くなると、アルナイト又はジャロサイト型層状化合物が非晶質シ

8乃至15g/gの濃度で存在するのがよい。

1価カチオン（M）の原料としては、硫酸ナトリウム、硫酸カリウム、硫酸アンモニウムが用いられる。これらの原料は単独でも、2種以上の組合せでも使用できる。

3価カチオン（M'）と1価カチオン（M）との比率は、化学量論量よりも1価カチオンを大過剰で存在させるのがよく、一般には、原子比で表わして、

$$M' : M = 3 : 1 \sim 1 : 10$$

$$\text{特に} \quad 1 : 1 \sim 1 : 7$$

の比率となるような量で硫酸アルカリを存在させるのがよい。

硫酸アルミニウム等と硫酸アルカリとを水溶液中で均一に混合したとき、pH調節の目的で一般に系中に水酸化アルカリを添加する。水酸化アルカリの添加に伴って、系中に水酸化アルミニウムの沈殿が部分的に生成することが認められるが、この沈殿は反応系の加熱に伴って消失し、全体が均質な溶液となる。

リカ等で稀釈される結果として、該層状化合物に特有の吸着性能が認められる結果となる。

（発明の好適態様）

製造方法

本発明によれば、硫酸アルミニウム又は硫酸第二鉄と、硫酸アルカリとを、シリカ乃至シリカアルミナのヒドロゾル乃至はシリカ乃至シリカアルミナのヒドロゲルが分散され且つ水酸化アルカリが添加された水性媒体中で加熱反応させ、アルナイト又はジャロサイト型の層状化合物を該化合物当り5乃至80重量%の非晶質シリカ乃至非晶質シリカアルミナとの均質組成物の形で品出させる。

本発明におけるアルナイト型又はジャロサイト型吸着剤は、前記式(1)で表わされる組成を有し、この組成に対応する原料が使用される。

3価金属M'の原料としては硫酸塩が使用され、硫酸アルミニウム又は硫酸第二鉄が単独で使用される。

硫酸アルミニウム、硫酸第二鉄は、反応系中に

本発明で用いる反応系中には、シリカ乃至シリカアルミナのヒドロゾルまたはシリカ乃至シリカアルミナのヒドロゲルを水性媒体中に分散した状態で存在させる。

シリカ又はシリカアルミナのゾル乃至ゲル分散体を含む水性媒体としては、ケイ酸ソーダを硫酸類で中和して得られるシリカの酸性ゾルや、このシリカの酸性ゾルをゲル化させることにより得られたシリカのヒドロゲルを水性媒体中に懸濁乃至分散させたものが使用される。これらのシリカのゾル乃至ゲル分散体は、SiO₂当り80重量%迄、特に80重量%迄のAl₂O₃分を含有していることができる。用いるシリカ又はシリカアルミナのゾル乃至ゲル分散体は、乾燥した状態で200m²/g以上、特に400m²/g以上の比表面積を有するものであることが望ましい。

シリカ又はシリカアルミナのゾル乃至ゲル分散体は、アルナイト又はジャロサイト型の層状化合物当り固形分として5乃至80重量%、特に10乃至70重量%、最も好適には20乃至50重量

%の量で用いるのがよく、この範囲よりも少ないと基本構造体相互の積層防止に有効でなく、比表面積や細孔容積を十分に大きくすることが困難であり、またこの範囲よりも多いと、吸着に有効に作用するアルナイト又はジャロサイト型の層状化合物の濃度が低くなることから好ましくない。水性媒体中におけるシリカ又はシリカアルミナの固形分濃度は1乃至20重量%、特に3乃至10重量%の範囲にあることが望ましい。

反応は、上記ゾル乃至ゲル分散体を含む水性媒体中に、硫酸アルミニウム又は硫酸第二鉄と、硫酸アルカリとを添加し、反応中、水酸化アルカリを添加してpHを一定値に制御することにより行われる。

即ち、アルナイト型の場合、反応開始時に系のpHを4.0乃至4.4、特に好適には4.1乃至4.3の範囲に維持すると共に、反応の過程でも必要に応じて水酸化アルカリを添加して系のpHが3.8を下らないように維持し、又ジャロサイト型の場合に系のpHを1.5乃至1.8の範囲に維持すると共に、反

層状化合物の品出は、一般に60乃至100℃の温度で行われる。この場合、前述した反応系を一般に100乃至300分間にわたって、上記温度迄上昇させ、この間に溶液の充分な熟成を行った後、アルナイト型又はジャロサイト型化合物の品出を行わせるのがよい。アルナイト型又はジャロサイト型化合物の品出は、一般に反応系の加熱還流下に行わせるのがよい。反応品出に伴ない、反応系のpHが低下する傾向を露々生じるが、この場合には反応系中に過加量の水酸化アルカリを供給してアルナイト型の場合系のpHが3.8又はジャロサイト型の場合は系のpHが1.1を下らないようにする。このpH調節は、例えば反応系中にpH検出機構を設け、この検出信号により、水酸化アルカリ溶液の供給バルブをON-OFF制御することにより容易に行われる。

反応終了後、生成したアルナイト又はジャロサイト系吸着剤を母液から逕過分離し、これを水洗した後、乾燥して製品とする。

本発明によれば、従来の合成法では低い収率し

て反応の過程でも必要に応じて水酸化アルカリ等を添加して系のpHが1.1を下らないように維持する。

本発明において、反応開始時に、アルナイト型の場合、系のpHを4.0乃至4.4に維持することも本発明の目的に関して重要であり、pH4.4を超える場合には水酸化アルミニウムが生成物中に混在するようになり、またpHが4.0よりも小さい場合には、生成物の比表面積や細孔容積も小さくなり、更にアルナイト型化合物の収率も低下するようになる。また反応過程でpHが3.8を超えて低くなるときにも、系中にアルナイトとならないA2成分が多く残存するようになる。

一方、ジャロサイト型の場合系のpHを1.5乃至1.8に維持することも本発明の目的に関して重要であり、pH1.8を超える場合には水酸化鉄が生成物中に混在するようになり、またpHが1.5よりも小さい場合には生成物の比表面積や細孔容積も小さくなり、更にジャロサイト型化合物の収率も低下するようになる。

反応系からのアルナイト型又はジャロサイト型

が得られなかったナトリウム型アルナイトでも、A2基準で50%以上にも達する高収率で得られ、カリウム型アルナイトでは理論収率に近い収率が得られる。

吸着剤

本発明のアルナイト又はジャロサイト型吸着剤は、前記式(1)で表わされる化学組成を有し、且つアルナイト型の結晶構造を含む組成物である。

第一のタイプのものは、ナトリウム型アルナイトであり、式



で表わされる組成を有し、そのX線回折像を第1図に示す。

第二のタイプのものは、カリウム型アルナイトであり、式



で表わされる組成を有し、そのX線回折像を第2図に示す。

第三のタイプのものは、ジャロサイトであり、式



で表わされ、そのX線回折像を第3図に示す。

第1乃至3図に示すX線回折像から、本発明に用いるアルナイト又はジャロサイト型吸着剤は何れもa-b面方向の結晶は比較的発達しているが、単位層構造のc軸方向への積重ね乃至発達が不十分であり、このことが結果的に比表面積の増大に結びついていると思われる。

この傾向は、NH₄型アルナイト吸着剤や、カチオンの一部がオキソニウムイオン(B₃O⁺)で置換されたアルナイト吸着剤系にも全く同様に認められる。

更に本発明においての最大の特徴は、アルナイト又はジャロサイト型の層状化合物を該化合物当り5乃至80重量%の非晶質シリカとの均質組成物の形で品出させることにより、生成する該組成物から成る吸着剤の比表面積及び細孔容積がより大きくなることにある。

本発明に用いるアルナイト型又はジャロサイト型吸着剤組成物は、300m²/g以上、特に400

m²/g以上、特に0.5乃至5mmの粒状物の形で吸着剤として使用することもできる。

本発明のアルナイト型又はジャロサイト型吸着剤組成物は、種々の極性物質、例えばアンモニア、窒素酸化物、硫黄酸化物、ハロゲン、ハロゲン化合物、各種アミン類、メルカプタン、硫化アルキル、エーテル類、アルコール類、フェノール類、カルボン酸、カルボン酸エステル、有機ハロゲン化合物等の各種ガス、揮発性乃至昇華性物質を吸着させる吸着剤として有用であり、また混合ガス中から上述した物質のみを選択的に吸着させる吸着剤として有用である。また、この吸着剤は、各種溶液から上記極性物質や、各種色素や染料等を吸着させるための吸着剤としても有用である。

本発明のアルナイト又はジャロサイト型層状化合物と非晶質シリカとの均質組成物からなる吸着剤は、そのみを単独で用いる代りに、それ自体公知の他の吸着剤、例えばゼオライト、活性白土、シリカゲル、シリカ・アルミナゲル、アルミナゲル、活性炭等と併用して又は複合体の形で使

m²/g以上にも達する大きなBET比表面積を有し、且つ細孔径10乃至300Åの範囲内において0.1m²/g以上、特に0.3m²/g以上にも達する細孔容積を有する。

第4図は式(3)のカリウム型アルナイト吸着剤(参考例)の細孔分布図であり、第5図は本発明の実施例2によるカリウム型アルナイト吸着剤組成物の細孔分布図である。

これらの細孔分布図から、本発明によって得られる組成物型吸着剤は比較的小さい孔径から中孔径の至る細孔容積が増大するという特徴を示す。

本発明のアルナイト型又はジャロサイト型吸着剤組成物は、粉末の形で、粒状物の形で使用することができる。例えば、このものは、必要により粉砕し或いは分級して、二次粒径が0.5乃至30μm、特に1.5乃至10μmの粉末の形で用いることができる。また、上記粉末を、粘土系バインダー、シリカゾルバインダー、有機高分子系バインダーの存在下に造粒し、粒径0.1乃至15

μmの粒状物の形で使用することも可能である。

(発明の効果)

本発明によれば、高い比表面積と細孔容積とを有するアルナイト型又はジャロサイト型吸着剤組成物を高収率で合成することができ、このものは高吸着容量の吸着剤として有用である。

(実施例)

本発明を次の例で説明する。

試験方法

本明細書における各項目の試験方法は下記によった。

1. X線回折

本実施例においては、理学電気機器X線回折装置(X線発生装置4036A1、ゴニオメーター2125D1、計数装置5071)を用いた。回折条件は下記のとおりである。

| | |
|-------|------|
| ターゲット | Cu |
| フィルター | NI |
| 検出器 | SC |
| 電圧 | 35kV |

| | |
|-------------|----------|
| 電流 | 15 mA |
| カウント・フルスケール | 8000 c/s |
| 時定数 | 1 sec |
| 走査速度 | 2°/mm |
| チャート速度 | 2 cm/mm |
| 放射角 | 1° |
| スリット巾 | 0.3 mm |

2. BET比表面積

自動BET (比表面積) 測定装置 (CARLO-ERBA社製 Sorptomatic Series 1800) により測定した。

3. 細孔容積

自動BET (比表面積) 測定装置 (CARLO-ERBA社製 Sorptomatic Series 1800) により測定した吸着等温線を用い Granston - Inkly 法計算プログラムにより測定した。

4. メチレンブルー吸着力

0.1%メチレンブルー水溶液100mℓを200mℓ共栓付三角フラスコにとり、供試料2gを加え、振とう機 (振幅水平方向45mm、250往復/分)

を加熱によりゲル化させ、シリカヒドロゲルを得た。得られたヒドロゲルを水とともに家庭用ミキサーにて溶解し、非晶質シリカスラリー液 (SiO₂分: 5.0%) を得た (第1工程)。

2ℓガラスビーカーに硫酸アルミニウム (JIS水道用1号品、Aℓ₂O₃含有量: 16.5%) 105gと硫酸カリウム (試薬一般) 135gをとり、水500gを加え溶解し、さらに第1工程にて得たシリカスラリー液320gを加え反応母液とした。この母液に攪拌下30%水酸化カリウム溶液を滴加し、pH4の乳白色の懸濁液を得た。懸濁液を95℃に加熱維持し、30分に一度の割合でpHを測定し、30%水酸化カリウム溶液を滴加し、pHを4に保ちながら5時間加熱攪拌を続け、白色の沈殿物を得た。この沈殿物をろ過により分離し、水洗し、110℃の恒温乾燥器にて乾燥し、63gの白色微粉末を得た。

実施例 2

3号ケイ酸ナトリウム (SiO₂: 21.5%, Na₂O: 7.0%) 2.3kgと10%硫酸約2.5kgを用いてpH

にて5時間振とうしたのち、室温にて静置し、上澄液の透明性及び色調を肉眼にて観察した。

5. ナフトールエローS吸着力

0.1%ナフトールエローS水溶液100mℓを200mℓ共栓付三角フラスコにとり、供試料2gを加え、振とう機 (振幅水平方向45mm、250往復/分) にて5時間振とうしたのち、室温にて静置し、上澄液の透明性及び色調を肉眼にて観察した。

色素吸着力の評価を次の記号で表示する。

- : 粉末が色素により着色されており、上澄液がほぼ無色透明のもの。
- : 粉末が色素により着色されているが、上澄液に色素の色調が残っているもの。
- ×: 粉末が色素により着色されておらず、上澄液の色調に変化が認められないもの。

実施例 1

ケイ酸カリウム (SiO₂: 18.1%, K₂O: 8.0%) 1.8kgと10%硫酸約2.4kgを用いてpH2~4の酸性条件下で中和反応させて調製したシリカゾル

2~4の酸性条件下で中和反応させて調製したシリカゾルを加熱によりゲル化させ、シリカヒドロゲルを得た。得られたヒドロゲルを水とともに家庭用ミキサーにて溶解し、非晶質シリカスラリー液 (SiO₂分: 5.0%) を得た (第1工程)。

2ℓガラスビーカーに硫酸アルミニウム (JIS水道用1号品、Aℓ₂O₃含有量: 16.5%) 105gと硫酸ナトリウム (試薬一般) 115gをとり、水490gを加え溶解し、さらに第1工程にて得たシリカスラリー液320gを加え反応母液とした。この母液に攪拌下30%水酸化ナトリウム溶液を滴加し、pH4の乳白色の懸濁液を得た。懸濁液を95℃に加熱維持し、30分に一度の割合でpHを測定し、30%水酸化ナトリウム溶液を滴加し、pHを4に保ちながら5時間加熱攪拌を続け、白色の沈殿物を得た。この沈殿物をろ過により分離し、水洗し、110℃の恒温乾燥器にて乾燥し、48gの白色微粉末を得た。

実施例 3

3号ケイ酸ソーダ (SiO₂: 22.0%, Na₂O: 7.0

%) 275gと98%硫酸約35gを用いてpH2~3の酸性条件下で中和反応させて調製したシリカゾル液に塩基性硫酸アルミニウムゾル液

(Al_2O_3 : 8.1%) 177gを加え、加熱によりゲル化させ、水洗し、シリカアルミナヒドロゲルを得た。得られたヒドロゲルを水とともに家庭用ミキサーにて解砕し、非晶質シリカアルミナスラリー液(SiO_2 分: 3.2%, Al_2O_3 分: 0.7%)を得た(第一工程)。

2ℓガラスビーカーに硫酸アルミニウム(JIS水道用1号品、 Al_2O_3 含有量: 18.5%) 105gと硫酸ナトリウム(試薬一般) 115gをとり、水500gを加え溶解し、さらに第1工程にて得たシリカアルミナスラリー液320gを加え反応母液とした。

この母液に対し以下に実施例2と同様にして白色の沈殿物を得た。次いで同様にして乾燥し、50gの白色微粉末を得た。

実施例 4

2ℓガラスビーカーに硫酸第二鉄(試薬一般)

18gと硫酸カリウム(試薬一般) 109gをとり、水555gを加え溶解し、さらに実施例1の第1工程にて得たシリカスラリー液320gを加え反応母液とした。この母液に攪拌下30%水酸化カリウム溶液を滴加し、pH1.7の茶褐色の懸濁液を得た。懸濁液を95℃に加熱維持し、30分に一度の割合でpHを測定し、30%水酸化カリウム溶液を滴加し、pHを1.7に保ちながら5時間加熱攪拌を続け、黄褐色の沈殿物を得た。この沈殿物を浮遊により分離、水洗し、110℃の恒温乾燥器にて乾燥し、29gの黄褐色粉末を得た。

実施例1~実施例4によって得られた吸着剤組成物のBET比表面積、細孔容積、メチレンブルー吸着力、ナフトールエローS吸着力測定結果を第1表に記載する。

表 1 測定

| | BET 比表面積 (m^2/g) | 細孔容積 (cc/g) | メチレンブルー 吸着力 | ナフトールエローS 吸着力 |
|------|-------------------------|----------------|----------------|------------------|
| 実施例1 | 410 | 0.28 | ○ | ○ |
| 実施例2 | 367 | 0.35 | ○ | ○ |
| 実施例3 | 325 | 0.23 | ○ | ○ |
| 実施例4 | 380 | 0.31 | ○ | ○ |
| 参考例 | 280 | 0.09 | | |

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明実施例1によるナトリウム型アルナイト吸着剤組成物のCu-K α 線によるX-線回折スペクトルである。

第2図は本発明実施例2によるカリウム型アルナイト吸着剤組成物のCu-K α 線によるX-線回折スペクトルである。

第3図は本発明実施例3によるジャロサイト型吸着剤組成物のCu-K α 線によるX-線回折スペクトルである。

第4図、第5図は細孔分布図であって、第4図

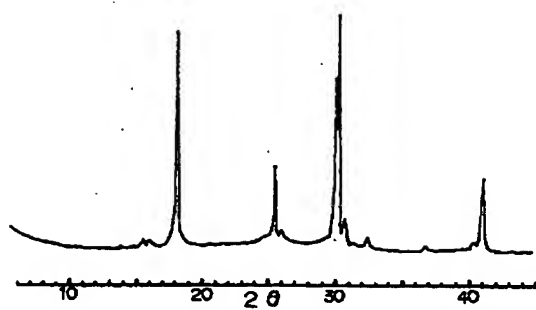
は参考例によるカリウム型アルナイト吸着剤及び第5図は本発明実施例2によるカリウム型アルナイト吸着剤組成物について示す。

特許出願人 水澤化学工業株式会社

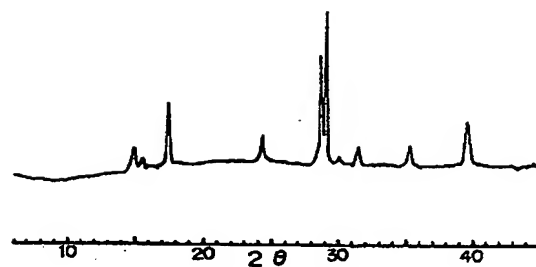
代理人 弁理士 鈴木 郁 男

代理人 弁理士 庄子 幸 男

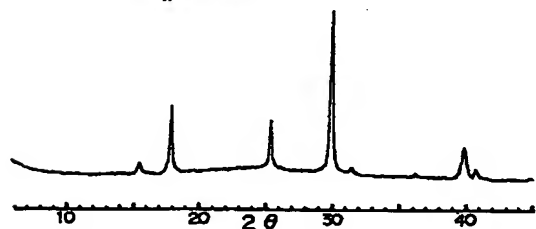
第 1 図



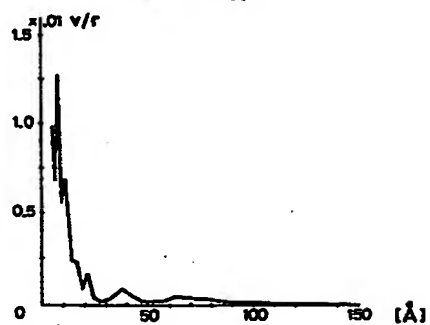
第 3 図



第 2 図



第 4 図



第 5 図

